

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-161322

(43)Date of publication of application : 23.06.1995

(51)Int.Cl.

H01J 37/08

G01N 1/28

H01J 27/26

(21)Application number : 05-305162

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 06.12.1993

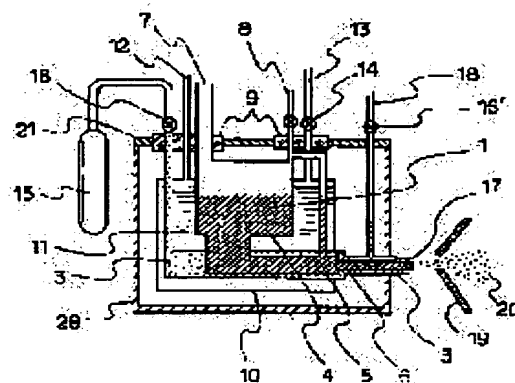
(72)Inventor : UMEMURA KAORU
SAKAIRI MINORU

(54) ELECTRO SPRAY TYPE ION SOURCE AND FOCUSING ION BEAM DEVICE USING IT

(57)Abstract:

PURPOSE: To establish a method for performing a minute processing, analysis or measurement by focusing ion beam from an electro spray type ion source for emitting ion such as various inactive gas and oxygen and nitrogen in high intensity without polluting a minute area of a surface of a semiconductor, etc.

CONSTITUTION: Liquid ion material 1 such as inactive gas, O and N is filled in an ion material tank 4 mounted in a cooling tank 10 in an adiabatic vacuum container 28 and kept at low temperature and high voltage is applied between a tip end of a caterpillar 6 of a storage part 5 and an opposite drawing electrode 19. Thereby, the ion material 1 is drawn as a charging droplet 20 and then it is emitted inside a collecting ion beam system by injecting carrier gas 3 as smaller cluster ion.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-161322

(43) 公開日 平成7年(1995)6月23日

(51) Int.Cl.⁶ 識別記号 庁内整理番号 F I 技術表示箇所
H 0 1 J 37/08
G 0 1 N 1/28
H 0 1 J 27/26

G 0 1 N 1/28 G

審査請求 未請求 請求項の数14 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願平5-305162

(22) 出願日 平成5年(1993)12月6日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 梅村 馨

東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

(72) 発明者 坂入 実

東京都国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地

株式会社日立製作所中央研究所内

(74) 代理人 弁理士 中村 純之助

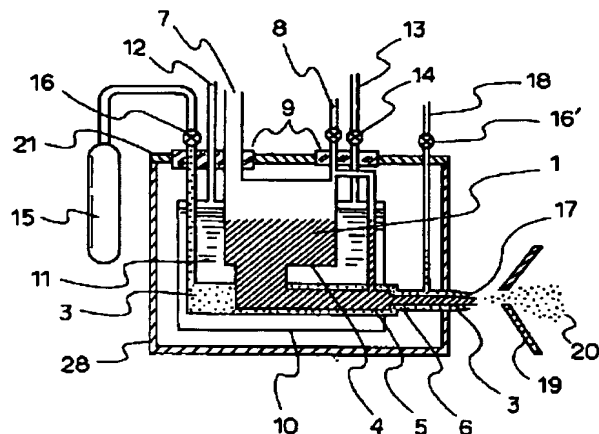
(54) 【発明の名称】 エレクトロスプレイ型イオン源及びこれを用いた集束イオンビーム装置

(57) 【要約】

【目的】 各種不活性ガスや酸素、窒素などのイオンを高輝度に放射するエレクトロスプレイ型イオン源と、これを搭載した集束イオンビーム装置を実現し、上記イオン材料による集束イオンビームによって、半導体などの表面の微小領域に汚染を与えることなしに微細加工、分析、あるいは計測を行う方法確立する。

【構成】 断熱性の真空容器28の中にある冷却槽10の中に設けられ、低温に保持されたイオン材料槽4内に不活性ガスや酸素、窒素などの液体イオン材料1を充填し、貯溜部5のキャピラリ6の先端とそれに対向する引出し電極19との間に高電圧を印加することによって、イオン材料1を荷電液滴20として引き出し、さらにキャリアガス3の噴射によってさらに小さなクラスタイオンとして、集束イオンビーム系内に放射する。

図1



【特許請求の範囲】

【請求項1】液体のイオン材料、該イオン材料を貯溜する貯溜部、上記イオン材料をイオン化領域に導くための金属製キャピラリ、該金属製キャピラリの先端に電界を集中させるための引出し電極、を有するエレクトロスプレイ型イオン源において、少なくとも上記イオン材料を低温に保持するための冷却手段を有することを特徴とするエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項2】液体のイオン材料、該イオン材料を貯溜する貯溜部、上記イオン材料をイオン化領域に導くための金属製キャピラリ、該金属製キャピラリの先端に電界を集中させるための引出し電極、及び上記イオン材料の気化を促進するキャリアガスの供給手段、を有するエレクトロスプレイ型イオン源において、少なくとも上記イオン材料を低温に保持するための第1冷却手段と、上記キャリアガスを低温にするための第2冷却手段とを有することを特徴とするエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項3】少なくとも上記イオン材料の貯溜部および上記キャピラリの一部が断熱真空容器内に設置されていることを特徴とする請求項1または2に記載のエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項4】上記イオン材料が、液体酸素、液体窒素、液体アルゴン、液体キセノン、液体クリプトン、液体ネオンのうちの少なくとも1種であることを特徴とする請求項1、2または3に記載のエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項5】上記イオン材料を低温に保持する冷却手段に液体窒素を用いたことを特徴とする請求項1から4までのいずれかの項に記載のエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項6】上記イオン材料と上記キャリアガスとが同一元素であることを特徴とする請求項2に記載のエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項7】上記イオン材料が液体窒素であり、上記キャリアガスが低温窒素ガスであることを特徴とする窒素イオン放出用の請求項6に記載のエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項8】上記イオン材料が液体アルゴンであり、上記キャリアガスが低温アルゴンガスであることを特徴とするアルゴンイオン放出用の請求項6に記載のエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項9】上記イオン材料が液体酸素であり、上記キャリアガスが低温酸素ガスであることを特徴とする酸素イオン放出用の請求項6に記載のエレクトロスプレイ型イオン源。

【請求項10】イオン源、集束イオンビーム形成系、試料台から構成された集束イオンビーム装置において、上記イオン源が請求項1から9までのいずれかの項に記載のエレクトロスプレイ型イオン源であることを特徴とする集束イオンビーム装置。

【請求項11】上記試料の微細領域の加工に、上記試料表面に付着した異物を除去する加工を含むことを特徴とする請求項10に記載の集束イオンビーム装置。

【請求項12】上記試料の微細領域の加工に、走査型電子顕微鏡または透過型電子顕微鏡による断面観察用試料の作製加工を含むことを特徴とする請求項10に記載の集束イオンビーム装置。

【請求項13】イオン源、イオンビーム照射系、試料台、二次イオン分析部から構成される二次イオン質量分析装置において、上記イオン源に、液体酸素をイオン材料とする請求項9に記載のエレクトロスプレイ型イオン源を用いたことを特徴とする二次イオン質量分析装置。

【請求項14】イオン材料が液体酸素である請求項9に記載のエレクトロスプレイ型イオン源、集束イオンビーム照射系、試料台から構成された集束イオンビーム装置により、集束酸素イオンビームを試料に照射することで、上記試料に微細な電氣的絶縁領域を形成することを特徴とする微細絶縁領域の形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、液体のイオン材料をイオン化させるエレクトロスプレイ型イオン源に係り、特に、酸素、窒素、不活性ガスなどの気体を液体化してイオン化するイオン源と、このイオン源を用いた半導体素子加工用の集束イオンビーム装置や材料分析に用いる二次イオン質量分析装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】はじめに、エレクトロスプレイ型イオン源（以下、ESPイオン源と略記）の動作原理について、図2を用いて説明する。

【0003】まず、試料溶液30を、シリンジ31などで金属製キャピラリ32に導入する。通常の溶液の流量は、数 μl /分から数十 μl /分程度である。この時、金属製キャピラリ32と対向電極33との間に数kVの電圧を印加すると、溶液はキャピラリ32先端でコーン状になり、その先端から液滴34が噴霧される。この時、液滴34は強電場によって荷電液滴となる。これら荷電液滴はレイレーリミット（Rayleigh limit）と呼ばれる大きさまで分解するが、生成した微小液滴はその最大直径が数 μm から数十 μm 程度とまだかなり大きいので、乾燥したヘリウムあるいはアルゴン等の純粋な不活性ガス35を、生成した微小液滴34に向けて吹き付け気化を促進させ、同時にクラスタイオン化させる。ここで、微小液滴34に照射する不活性ガス35をキャリアガスとも呼ぶ。生成したクラスタイオン36は、さらに、第2キャピラリ37とスキマー38などを通過して、最終的にはビーム集束系40に導入される。このESPイオン源のイオン化が生じるイオン化室41は大気圧に近いのが特徴で、42、43などの真空ポンプによって差動排気され、高真空の分析部へ導かれる。

【0004】次に、ESPイオン源の従来応用例として、上記ビーム集束系40として質量分析計を設置する組合せがある。質量分析計の磁場掃引によって、磁場強度に対応した質量のイオンが検出器に到達して、質量スペクトルが得られる。この組合せで、極微量の溶液の成分分析が可能となり、従来、高分子溶剤の質量分析によく用いられ、非常に大きな分子量（例えば500,000）の溶液もイオン化させている。また、イオンに与えられるエネルギーが低いので、イオンの分裂が生じたとしても非常に少なく、生化学分野や、熱的に不安定な分子のイオン化によく用いられてきた。この質量分析のためのエレクトロスプレー型イオン源については、特公平4-3622号公報の『質量スペクトル分析イオンの形成方法および装置』（公知例1）に開示されている。

【0005】ESPイオン源の動作原理は電気流体力学的（EHD）イオン源と類似であるが、①イオン化室の圧力が大気圧に近いこと、②イオン材料である液体が背圧によって徐々に高電界領域に導入されること、がEHDイオン源と異なる点である。ESPイオン源に関して説明した論文として、例えば、シー・エム・ホワイトハウスらが論文集『アナリティカル・ケミストリ』の第57巻、（1985年）第675頁から第679頁に記載した『エレクトロスプレー・インタフェース・フォア・リクイッド・クロマトグラフ・アンド・マス・スペクトロメータ』と題する論文がある（C. M. Whitehouse et. al. "Electrospray Interface for Liquid Chromatographs and Mass Spectrometers" Analytical Chemistry, Vol. 57, (1985) 675～679）（公知例2）。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】上述のように、ESPイオン源はもっぱら生化学分野での高分子溶液の質量分析に利用されているが、ESPイオン源から放出されたイオン自身が分析されるだけであり、ESPイオン源からの放出イオンをビーム状に成形し、これを積極的に加工や分析に利用しようという試みは、なされていないのが現状である。更に、このESPイオン源を用いて、原子量が100以下の元素、特に、不活性ガス元素や窒素、酸素などを液化してイオン化する試みはいまだなされておらず、勿論、これらの放出イオンをビーム化し、イオンビームとして積極的に利用しようとする試みは未だにない。

【0007】一方、アルゴンなど不活性ガス種を集束イオンビーム化し、デバイスやウエハの局所領域を汚染を伴わずに加工や分析、計測のできるプローブとして使いたいという要望は非常に強くある。しかし、それを満足するイオン源はなく、他のイオン種で代用するか、あるいは、デュオプラズマトロン型イオン源のように電流密度の低いイオンビームで代用せざるを得なかった。

【0008】一方、集束イオンビームに成形できるイオ

ン源として、液体金属イオン源や電界電離ガスイオン源が周知である。しかし、液体金属イオン源では、不活性ガス、さらに、酸素や窒素などガス種のイオンは、原理的に発生させることができない。また、電界電離ガスイオン源からのヘリウムイオンやアルゴンイオンの放出の試みはあるものの、イオン電流が不安定で実用には至っていない。

【0009】このように、現在までのところ、デバイスやウエハの極微小領域を金属元素による汚染を伴わずに、集束イオンビームによって加工、分析、計測が行える手段が確立しておらず、また、長寿命、高安定で、不活性ガスや酸素、窒素などのイオンを集束イオンビームに形成できる高輝度なイオン源がなかった。

【0010】本発明は上述の課題を解決するためになされたもので、不活性ガスや酸素、窒素などのイオンを高輝度に発生させるESPイオン源と、これを用いた集束イオンビーム装置、およびこの装置を用いて半導体デバイスやウエハの極微小領域の加工、分析、あるいは計測を行う方法を提供することを目的とする。

【0011】

【課題を解決するための手段】この目的を達成するため、本発明においては、エレクトロスプレー型イオン源のイオン材料の貯溜部、キャピラリ、及びイオン材料の気化を促進するキャリアガスの供給手段などに、これを低温に保持するための冷却手段を設け、液体状の不活性ガスや酸素、窒素などをイオン材料として、上記ESPイオン源からイオンとして放出する。このとき、冷却手段には液体窒素を用い、また、イオン材料の貯溜部やキャピラリの一部を断熱真空容器内に設置する。

【0012】ここで、イオン材料とキャリアガスとを同一元素とすることにより、例えば、イオン材料として液体窒素、キャリアガスとして低温窒素ガスを用いることにより、窒素イオンの放出を行う。同様に、酸素イオンやアルゴンを初めとする不活性ガスの各種イオンの放出を行うことができる。

【0013】そして、上記のESPイオン源を集束イオンビーム装置に搭載することにより、上記の酸素、窒素、あるいは各種不活性ガスのイオンビームにより、半導体試料の微細領域の加工、分析、計測などを行う。特に、上記不活性ガスのイオンビームにより、試料表面に付着した異物の除去加工や、電子顕微鏡観察用の断面試料の加工を行い、また、上記酸素イオンを二次イオン質量分析装置の一次イオンとして用い、微小領域の元素分析を行う。さらに、酸素イオンの集束ビームを半導体試料の局部に照射することによって、試料の微細領域に電氣的絶縁領域を形成する。

【0014】

【作用】以下、本発明の根本となる作用について、液体窒素をイオン材料とするESPイオン源を例にとり、模式図3（a）、（b）を用いて説明する。

5

【0015】図3(a)はESPイオン源50の全体構成を示し、この場合、イオン放出方向は垂直方向である。イオン材料の貯溜部51は、イオン材料となる液体窒素52を貯溜する部分である。イオン材料となる液体窒素52はイオン材料貯溜部51からシリンダ53の先端のキャピラリ54(第1キャピラと呼ぶ)先端まで浸透する。キャピラリ54は金属製で、先端は内径約0.1mmにまで絞られていて、先端は大気に露出している。対向電極55との間に数kVの電圧を印加することで、イオン材料となる液体窒素52を極微量ずつイオン化し、荷電微粒子56として霧状に噴出させることができる。これらの部品は、液体窒素52の熱蒸発を防止するために冷却槽10の中に設置され、かつ、断熱されている。断熱方法は、熱伝導の悪いセラミックス57を使用することと、キャピラリ54の先端を除いたESPイオン源50および冷却槽10を真空容器58内に入れたことである。59は液体イオン材料の投入時の空気抜きである。

【0016】キャリアガス60は、タンク61から供給され、シリンダ53を取り囲むキャリアガス導入部62を通過する。キャピラリ54先端部の拡大図を図3(b)に示した(図3(b)では水平方向に示したが、垂直でも同じである)。キャリアガス60はキャピラリ54先端から放出された荷電微粒子56と衝突して、荷電微粒子56を更に小さなクラスタイオン63にする。ここで用いたキャリアガス種はイオン材料と同じ窒素ガスである。このクラスタイオン63は更に第2キャピラリ64を通過し、高真空状態のイオンビーム照射系(図示せず)に導入される。

【0017】従来のESPイオン源(図2)では、イオン材料である溶液は注射器状のシリンジ31に封じ込まれていたが、今回用いたESPイオン源では、イオン材料が超低温であるため、シリンジ31への封入を人手で行うのが困難である。そこで、本発明では、一旦、イオン材料貯溜部51にイオン材料52を貯溜し、キャピラリ54に送り込めるような構造にしてある。また、イオン材料が昇温しないように真空容器58で断熱作用を持たせ、さらに、キャリアガスの温度によってキャピラリ54が昇温するのを防ぐため、キャリアガス自体も冷却用液体窒素によって予冷却できる構造にしてある。

【0018】このようにして、ESP方式により、酸素、窒素、あるいは各種不活性ガスのイオン化を達成し、高輝度のイオン源を形成することができる。そして、このESPイオン源を集束イオンビーム装置のイオン源として搭載することにより、上記の酸素、窒素、あるいは不活性ガスの集束イオンビームが実現する。

【0019】したがって、まず、窒素や各種不活性ガスのイオンビームを半導体試料の微細領域の加工に用いることにより、試料上に汚染物質を残すことなく、加工ができる。例えば、半導体デバイスの表面に存在する異物

6

の除去加工や、電子顕微鏡観察用の断面試料の加工の場合に、従来のガリウム(Ga)イオンを用いた場合には、常に、試料自体がGa金属の残留物によって汚染されていたが、本発明の窒素や不活性ガスのイオンビームを用いることによって、これらの汚染なしに試料の加工ができる。

【0020】また、酸素の集束イオンビームを二次イオン質量分析装置の一次イオンとして用いた場合には、酸素イオンによる試料元素のイオン化効率が、従来のGaイオンに比較して約2桁も高いので、集束イオンビーム径の微細化と共に、試料の極微小領域の元素分析が可能になる。さらに、この酸素イオンの集束イオンビームを半導体試料の局部に照射することによって、試料上に、レジスト塗布、露光、エッチングなどの工程を経ることなく、試料上の微小領域に、直接、電氣的絶縁パターンを形成することができる。

【0021】このように、上記の酸素、窒素、あるいは各種不活性ガスのESPイオン源により、特に、半導体試料表面に汚染を与えることなく、微細加工、分析、あるいは計測を行うことができる。

【0022】

【実施例】

(実施例1)図1は本発明に係るエレクトロスプレイ型イオン源の構成図である。本実施例1では、イオン材料1が液体酸素であるESPイオン源(以下、O-ESPと略記)の例について示してある。

【0023】まず、キャリアガス3には低温酸素ガスをを用いた。また、十分に冷却されたイオン材料槽4に液体酸素が充填されている。イオン材料槽4と貯溜部5とは連結されている。貯溜部5の先端はキャピラリ6で、その先端は内径が約0.1mmでイオン材料1はしみ出す程度で、決して流れ出ることはない。イオン材料槽4のイオン材料供給口7と空気抜き8部は断熱性セラミック9によって固定されているが、イオン材料槽4、貯溜部5および先端を除くキャピラリ6は、真空容器28内に設置されていて断熱されている。また、イオン材料槽4の大部分は、冷却維持効果を高めるために、冷却槽10の冷媒11に接触し冷却されている。ここで用いた冷媒11は液体窒素であり、冷媒供給口12から流入される。13は冷却槽10の空気抜きであり、冷媒11投入後、イオン材料槽4および冷却槽10が十分低温に保たれた時点でバルブ14を閉じる。

【0024】キャリアガス3である酸素はタンク15から供給される。途中、バルブ16によって酸素の流量が制御された後、冷却槽10の冷媒11に接触して低温にされ、キャピラリ6をほぼ同軸に覆うように設置されたキャリアガス放出口17から放出される。18はキャリアガス導入時の空気抜きであり、キャリアガス放出口17の口径より大きいので、キャリアガス導入時には管内の空気の大半は空気抜き18より放出される。管内がキ

キャリアガスと置換された後はバルブ16'を閉じる。

【0025】次に、引出し電極19に徐々に高電圧を印加し、イオン材料1は、引出し電極19が作る高電界によってイオン化され、荷電液滴20となってキャピラリ6先端から離脱する。この時、キャリアガス3と衝突し、さらに小さなクラスタイオンになり、下流の第2キャピラリ(図示せず)に向かう。21はO-ESPが取り付けられ、真空容器28に搭載するためのフランジである。断熱のために、真空容器28内は真空状態にしてある。

【0026】イオン材料の低温維持方法やキャリアガスの冷却方法については、上記実施例以外に種々改変でき、図4にその例を示す。図4(a)は、冷媒の通路をパイプ25状にして巻き付けた構造である。冷媒は供給口26から導入され、イオン材料槽4およびキャリアガス導入パイプ27の周りを循環する。このことにより、少量の冷媒でキャリアガス3の冷却と、イオン材料1の低温維持ができる。また、図4(b)では、冷媒を通過させるパイプ25をイオン材料槽4に巻き付け、さらに、その周りにキャリアガス用のパイプ27を巻き付けた。この構造によりキャリアガス3の積極的な冷却が可能になる。

【0027】上記実施例では、イオン材料の気化を促進するためにキャリアガスを流したが、キャピラリの内径を小さくし、流量を調節することで、必ずしもキャリアガスを流す必要がない場合もある。図4(c)はその例であり、6はキャピラリ、11は冷媒、28は真空容器であり、冷却槽10にはイオン材料槽4のみが漬けられていてイオン材料1が冷却される。

【0028】(実施例2)図5は、図1に示した本発明に係るO-ESPを搭載し、酸素イオンを一次イオンビームとして照射させることのできる二次イオン質量分析(SIMS)装置である。81は本発明によるO-ESP、82は引出し電極、83が一次イオンビーム、84はビーム制限アパチャ、85はイオンビームを集束させるための集束レンズ、86はイオンビームを走査するための偏向器、87は試料台88に設置された試料であり、試料87から放出された二次イオン89は、二次イオン質量分析部90で質量分離される。

【0029】O-ESP81から放出された酸素イオンは、集束レンズ85により、分析試料87上で直径0.1 μ m程度にまで集束される(以下、この集束酸素イオンビームをO-FIBと記す)。この時の到達イオン電流値は約5pAであった。この値は電流密度に換算すると約65mA/cm²であり、デュオプラズマトロン型イオン源で形成した酸素イオンビームの電流密度に比較して、約2~3桁高電流密度であった。

【0030】このO-FIBを使ってSi基板中のホウ素に関してSIMS分析を行った結果、従来のガリウムFIBを用いた場合に比較して、分析感度が約2桁高

く、その他、Fe, Cr, Ni等のシリコン中の不純物元素についても、数十倍から数百倍感度が向上することがわかった。

【0031】(実施例3)本実施例3では、本発明に係る液体アルゴンを用いたESPイオン源を搭載したFIB装置による検査方法について説明する。

【0032】ここでは、Siウエハの検査内容の一例として、多層配線間の絶縁層の形成が所定の厚さを有しているかどうかを確認することに注目する。多層配線を正確に動作させるには、配線間の絶縁膜が所定の膜厚を有し、絶縁耐圧を示すことが重要課題の一つである。しかし、検査対象としたデバイスでは、この絶縁膜形成の再現性が悪く、時折、所定膜厚より薄いために配線間でリークを起こす事故が発生し、製品歩留りの悪化をもたらしていた。

【0033】そこで、製造ラインをながれるシリコンウエハを無作為に抽出し、シリコンウエハ上で、予め決められた検査用デバイス内の特定箇所、Ar-FIBを照射して断面を形成して、観察した。図6は、シリコンウエハ面の一部にFIBを照射している様子を立体的に示した図である。Ar-FIB100の走査により、一辺が約5 μ m、深さ約5 μ mの矩形穴101を形成し、3層配線の断面(矩形穴の側面)を、FIB照射によって得られる二次電子像によって観察、検査した。ここで、102は第1層配線、103は第2層配線、104は第3層配線、105は第1層間絶縁膜、106は第2層間絶縁膜、107は表面保護膜であり、第1配線102と第2配線103が絶縁され、第2配線103と第3配線104が上下に接続されていることが観察できる。第1配線102と第2配線103との間の絶縁層105と第2配線103に注目し、特に、この部分を拡大して観察した様子を図7に示す。図7から、絶縁層105の上面が平坦でないため、第2配線103の一部(A点)が第1配線のB点に接近していることが観察でき、このAB間で耐圧が低下していたことが明らかになった。この操作を1ウエハの10箇所の検査用デバイスについて行った結果、全点が同じ傾向を示すため、第1層間絶縁膜105の平坦化プロセスの条件に修正を施した。そして、プロセス条件の修正後に同様の検査を行った結果、検査箇所の全点が所定の寸法、耐圧を満たしたので、そのウエハ及びそのロットを良品と判断して次工程に回した。このような検査方法により、多層配線形成工程における不良品をいち早く検出することができ、最終製品の歩留り向上に大きく寄与した。

【0034】FIBのイオン種がガリウムのような金属種でないため、FIB照射によってイオン種が試料に付着して配線間の短絡を起こすことはなく、また、試料に不純物として電氣的影響をもたらせることもない。

【0035】(実施例4)本実施例4では、液体窒素をイオン材料としたエレクトロスプレイ型イオン源(以

下、N-ESPと略記)から窒素イオンを放出させて集束イオンビーム化し、透過型電子顕微鏡(TEM)観察のための試料片を作成した。図8を用いて説明する。

【0036】本実施例におけるN-ESPイオン源は、イオン材料には液体窒素を、冷却手段にも冷却用液体窒素を用いた。N-ESPイオン源から放出されたイオンは、実施例2で示したものと同様の一次イオンビーム集束系によって集束窒素イオンビーム(N-FIB)を形成して、試料に照射した。

【0037】以下、試料片の作成手順を示す。まず、試料130にN-FIB132によって複数の矩形穴131, 131'を形成し、残った厚さ数10nmの薄片状の壁133をTEM試料とする。TEM観察における観察方向は、矢印135の方向である。従来、Ga-LMISを用いたGa-FIBによってTEM試料を作成していたが、蒸気圧が低いGaが試料表面に液滴となって付着し、薄片状の良好なTEM試料とはならず、精密なTEM観察ができなかった。特に、サンプルがGaAsの場合、Ga-FIBで薄片状試料を作成しようとする、照射したGaがサンプル内で過飽和状態になり、GaAsサンプル表面に析出してくるような状態となり、サンプル本来の状態をTEM観察することができなかった。一方、本実施例の場合、一次イオンビーム種として窒素を用いているため、試料表面に一次イオンビーム種が凝集、付着するなどの汚染のないTEM試料133の作成を行うことができ、TEM試料133内の微小欠陥134を発見することができた。

【0038】なお、本実施例4では液体窒素を用いたが、液体キセノン、液体アルゴンについても同様の構成で、同じような結果が得られた。

【0039】(実施例5)本実施例5では、実施例1で示した本発明に係るO-ESPをFIB装置に搭載し、イオン光学系の途中に質量分析器を設置し、O-ESPから放出した $^{16}\text{O}^+$ イオンを選択して集束させ、シリコン(Si)基板に高濃度酸素イオンビーム照射を行い、絶縁領域を形成した。

【0040】イオン照射条件は以下の通りである。まず、Si基板上に形成した絶縁層 SiO_2 の上に単結晶Si層を成長させた。この時の単結晶Si層の寸法は $300\mu\text{m} \times 300\mu\text{m}$ 、厚さ $0.2\mu\text{m}$ である。 O^+ 集束イオンビーム(以下、O-FIBと略記)の加速エネルギーは50keV、ビーム直径は約 $0.2\mu\text{m}$ の条件で、上記単結晶Si層の中央部を横切るようにO-FIBを走査させ、ドーズ量 $1 \times 10^{18}/\text{cm}^2$ のイオン注入をした。イオン注入後、このSi基板を 1200°C 、2時間の熱処理を行った。熱処理後、O-FIB注入領域が絶縁領域(SiO_2)に変化していることを確認するために、分断された単結晶Si層の両端の抵抗測定を行ったところ約5M Ω であり、イオン注入部が高抵抗領域になっていることが分かった。

【0041】次に、絶縁領域形成に関する別の方法を示す。本実施例は、上記実施例5の応用で、絶縁物 SiO_2 で囲まれたSiのアイランド(島状領域)の形成を試みた。まず、Si基板状に形成した絶縁層 SiO_2 の上に単結晶Si層を成長させた。この時の単結晶Si層の寸法は、厚さ $0.2\mu\text{m}$ 、 $500\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$ である。この単結晶Si層領域に、本発明に係るO-ESPを用いて、 O^+ イオンの微細領域注入を行った。注入領域は1辺 $5\mu\text{m}$ の四角形の枠状である。枠幅はイオンビーム径に依存し、本実施例ではビーム径はおおよそ $0.1\mu\text{m}$ であったため、枠幅は約 $0.2\mu\text{m}$ であった。このような集束酸素イオンビームの注入により SiO_2 によって囲まれた厚さ $0.2\mu\text{m}$ 、1辺約 $5\mu\text{m}$ のSiのアイランドが形成された。ところで、従来法でこのような形状を形成しようとする、Siアイランド領域へのマスキング、四角枠部のドライエッチング、さらに、エッチングされた四角枠部に SiO_2 を形成させる、など多くのプロセスが必要とされる。しかし、本実施例による方法では、絶縁層 SiO_2 の上に成長させた単結晶Si層にO-FIBを照射するだけで済み、時間的に大幅に短縮されたばかりか、従来法では形成が困難であった枠幅が $0.2\mu\text{m}$ という絶縁性細線をも形成することができた。

【0042】上記いずれの方法も、本発明のO-ESPイオン源が、従来のプラズマ型イオン源に比べて高電流密度の酸素イオンを放出でき、かつ、集束させることができたために実現できたのである。

【0043】(実施例6)別の絶縁膜形成方法として、アシストデポジションによる方法を示す。本装置は、2個のイオン源と、2個のアシストデポジションのためのガス供給ノズルを備え、真空外からビーム照射位置近辺に流出させたガスと、1次イオンビームを反応させることができるFIB装置である。イオン源の一方はGa液体金属イオン源であり、他方は実施例5で用いたO-ESPである。また、ガス供給源は、モノシラン(SiH_4)ガスとヘキサカルボニルタングステン($\text{W}(\text{CO})_6$)ガスを、別々に供給することができる。例えば、絶縁層を形成するためには、 SiH_4 を導入しつつO-FIBを照射することで、試料面上に SiO_2 をデポジションさせる。

【0044】以下、アシストデポジション層の作成および確認方法を、図9で説明する。図中140は、シリコン基板上に形成されたアルミ製のパッド144($50\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$)から突出した $3\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$ の導電領域で、厚みは $0.5\mu\text{m}$ である。この突出部の先端の $4\mu\text{m} \times 4\mu\text{m}$ の領域に SiH_4 ガスを流出させながらO-FIBを照射し、 SiO_2 層141を形成した。 SiH_4 ガス流出の停止、O-FIB照射の停止後、 $\text{W}(\text{CO})_6$ ガスを流出させながらGa-FIBを走査させ、矩形のWデポジション領域142を形成し、予め形成しておいたアルミパッド143とつないだ。こうして形成した導電膜に挟まれ

た絶縁層141の絶縁性を調べるために、パッド144と143に電圧を印加した。結果は印加電圧50Vに対して十分な絶縁性を示した。

【0045】このように、本実施例で用いた装置を用いることで、絶縁層と導電層とをマスクなどの従来の煩雑な半導体プロセスを用いずに形成することができ、絶縁膜形成のために、時間的、経済的節減がなされるという効果をもたらした。

【0046】(実施例7) 本実施例7は、液体キセノンを用いたエレクトロスプレー型イオン源(以下、Xe-ESPと略記)を搭載した極微小部の表面異物除去装置である。

【0047】最近の半導体デバイス製造におけるクリーン化技術は高度になってきたが、微塵埃などの完全なる除去は望めず、それらの混入による不良デバイスの発生は避け難い。特に、混入した微塵埃が絶縁層内であったり、配線間にまたがっていると、デバイスの動作に致命的支障を来す。特に、超大型コンピュータに内蔵されるULSIのように、単価が非常に高価なデバイスについては、上記のような微塵埃のための配線短絡などによる不良品は、決して許されない。従って、このような欠陥をその場で対処できる装置が望まれていた。

【0048】しかし、従来のGa-FIB照射によるスパッタ洗浄では、照射時に試料表面にGaが残留し、配線間の短絡などの発生率が高く、表面異物除去に対する信頼性が低かった。

【0049】本実施例7で示すXe-ESPを搭載した表面異物除去装置は、エッチングや膜形成等の各プロセス終了後に、ウエハ表面異物検査装置によって検出された微小異物を、Xe-FIB照射によりスパッタエッチングして除去する装置である。図10は表面異物除去装置の概略断面図である。150はイオン源、151は集束イオンビーム照射系、152は試料であり、集束イオンビーム照射系151によって集束されたXe-FIB156は、試料152に照射される。153は二次電子検出器で、イオンビーム照射位置の形状を観察することができる。試料台154はデバイス製造ラインと直結された搬送路157を移動し、大気に触れることなく、随時、バルブ155、155'を介して試料室158に搬入・搬出ができる。

【0050】イオン源の概略構成は図3とほぼ同じで、イオン材料は液体キセノン、冷媒は液体窒素である。このXe-ESPイオン源は、特に、キャピラリ中には電界を集中させるためにタングステン製の針状エミッタを貫通させ、その先端をキャピラリからわずかに露出させた。液体Xeはエミッタ先端で、引出し電極によって形成された高電界によりESPモードで電離される。液体XeをESPモードでイオン放出した例は、これまでになかった。

【0051】以下、本発明に係るXe-ESPのFIB

装置への適用例を示す。ここで示す試料は、超大型コンピュータに搭載されるシリコンULSIである。図11(a)は、ウエハ180表面の配線181、181'に異物182が付着した部分の拡大図である。この試料は、異物182が導電性であるために、配線181、181'が短絡を起こしていた。この異物182を除去するために、まず、上記試料の表面観察を表面異物検査装置(図示せず)によって行い、異物が発見されると、その正確な位置情報を記憶し、本実施例の表面異物除去装置内に入れる。異物は試料台を自動制御することで、イオンビーム照射位置に来るよう移動できる。次に、低電流のXe-FIB183を異物よりやや広い領域に走査し、放出される二次電子によって試料表面を観察し、異物182を確認する。この時の異物182は直径約1μmの球形であった。Xe-FIB183のビーム電流を高め、異物182が覆う領域を走査した。約10分間の照射によって、図15(b)のように、試料表面はFIB照射による照射跡184は若干残るものの、上記異物182は完全に除去でき、配線181、181'間の短絡はなくなり、両配線間の耐圧は復帰した。

【0052】このFIBが不活性ガスの一種であるXeイオンであるため、FIB照射による試料表面の汚染は無いのが最大の利点である。また、この装置は、上に示した異物除去の他に、表面に形成された薄い酸化膜を除去することもでき、走査型電子顕微鏡やFIBによる試料表面観察の際に、像を明確なコントラストで観察できるようにすることにも利用できる。

【0053】実施例1から7は、本発明のうちの僅かな例に過ぎない。本発明の趣旨は、一次イオンビーム種そのものによる汚染を抑えたイオン源、およびこれを搭載した装置、このイオン源から得られるFIBを利用したプロセスを提供することであって、イオンビーム光学系の集束レンズ、偏向器などの個数や配列などはビーム集束性やビーム電流などの観点から、種々の改変が可能であることは周知のことである。

【0054】

【発明の効果】以上説明したように、本発明に係るエレクトロスプレー型イオン源、及びこれを用いた集束イオンビーム装置においては、上記イオン源にイオン材料を低温に維持する冷却手段を設けたことにより、イオン材料として液体状の各種不活性ガスや酸素、窒素などを用いることができ、かつ、これらのイオンを高輝度に放出することができるため、これらのイオン源を搭載した集束イオンビーム装置により、特に、半導体試料表面の微小領域を、試料表面に汚染を与えることなく、微細加工すること、あるいは高感度な二次イオン質量分析を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係るエレクトロスプレー型イオン源の基本的な構成を示す概略構成図である。

【図2】従来型のエレクトロスプレイ型イオン源の概略構成図である。

【図3】本発明に係るエレクトロスプレイ型イオン源の作用の説明図であり、(a)は基本的な構成、(b)はキャピラリ先端部の拡大図である。

【図4】本発明に係るエレクトロスプレイ型イオン源の別の構成例(a)、(b)、(c)を示した図である。

【図5】本発明に係る液体酸素エレクトロスプレイ型イオン源を搭載した二次イオン質量分析装置の概略構成図である。

【図6】集束イオンビームによってシリコンウエハの一部に矩形の穴を穿った図である。

【図7】集束イオンビームで穿たれた矩形穴の側面の拡大図である。

【図8】本発明に係る液体酸素エレクトロスプレイ型イオン源を搭載したTEM試料作製装置によるTEM試料作製方法の説明図である。

【図9】本発明に係る液体酸素エレクトロスプレイ型イオン源を搭載した集束イオンビーム装置により、シリコン基板上に絶縁膜を形成する実験の説明図である。

【図10】本発明に係る液体キセノンエレクトロスプレイ型イオン源を搭載した表面異物除去装置の概略構成図である。

【図11】(a)は本発明に係る集束イオンビームを用いた表面異物除去装置の動作説明図、(b)は異物を除去した後の様子を示す図である。

【符号の説明】

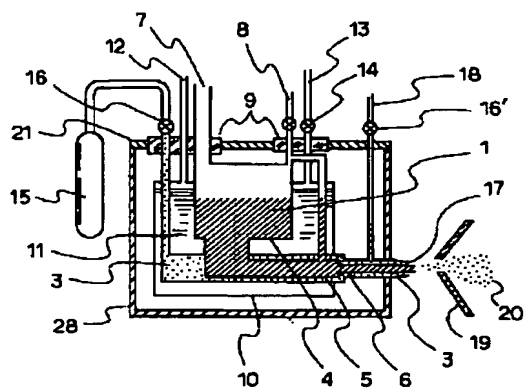
1…イオン材料
4…イオン材料槽
6…キャピラリ
8…空気抜き
10…冷却槽
12…冷媒供給口
14…バルブ
16, 16'…バルブ出口
18…空気抜き
20…荷電液滴
25…パイプ
27…キャリアガス導入パイプ
30…試料溶液
32…キャピラリ
3…キャリアガス
5…イオン材料貯溜部
7…イオン材料供給口
9…断熱性セラミック
11…冷媒
13…空気抜き
15…タンク
17…キャリアガス放出口
19…引出し電極
21…フランジ
26…供給口
28…真空容器
31…シリンジ
33…対向電極

34…液滴
36…クラスタイオン
38…スキマー
41…イオン化室
50…ESPイオン源部
52…液体酸素(イオン材料)
54…キャピラリ
56…荷電微粒子
58…真空容器
60…キャリアガス
62…キャリアガス導入口
64…第2キャピラリ
82…引出し電極
84…ビーム制限アパチャ
86…偏向器
88…試料台
90…二次イオン質量分析部
101…矩形穴
103…第2層配線
105…第1層間絶縁膜
107…表面保護膜
131, 131'…矩形穴
133…TEM試料
135…観察方向
141…絶縁層
143, 144…パッド
151…集束イオンビーム照射系
152…試料器
154…試料台
156…Xe-FIB
158…試料室
181, 181'…配線
183…Xe-FIB

35…不活性ガス
37…第2キャピラリ
40…ビーム集束系
42, 43…真空ポンプ
51…イオン材料貯溜部
53…シリンダ
55…対向電極
57…セラミックス
59…空気抜き
61…タンク
63…クラスタイオン
81…O-ESPイオン源
83…一次イオンビーム
85…集束レンズ
87…試料
89…二次イオン
100…Ar-FIB
102…第1層配線
104…第3層配線
106…第2層間絶縁膜
130…試料
132…N-FIB
134…微小欠陥
140…導電領域
142…Wデポジション
150…イオン源
153…二次電子検出器
155, 155'…バルブ
157…搬送路
180…ウエハ
182…異物
184…照射跡

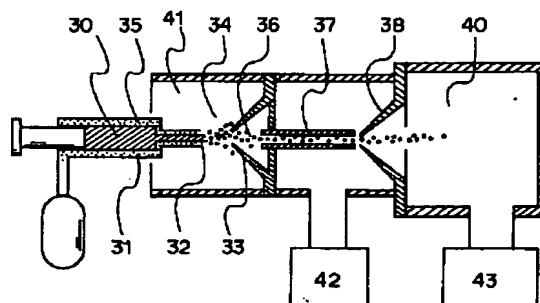
【図1】

図1



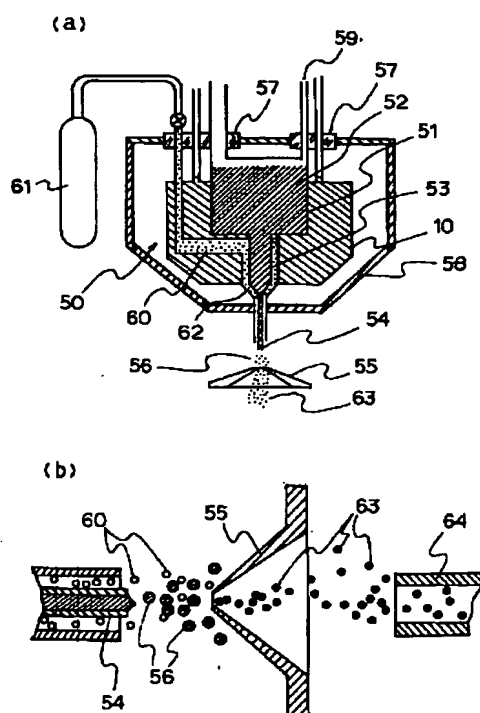
【図2】

図2



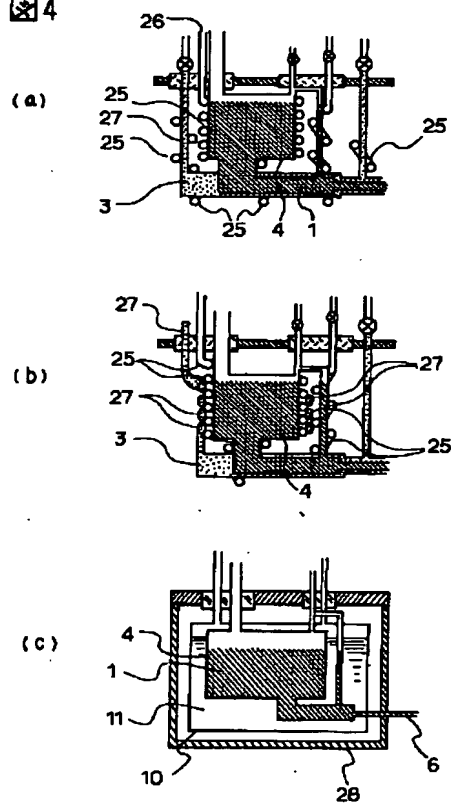
【図3】

図3



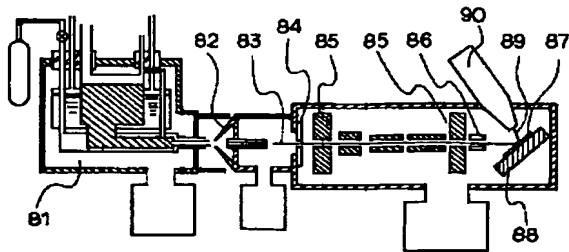
【図4】

図4



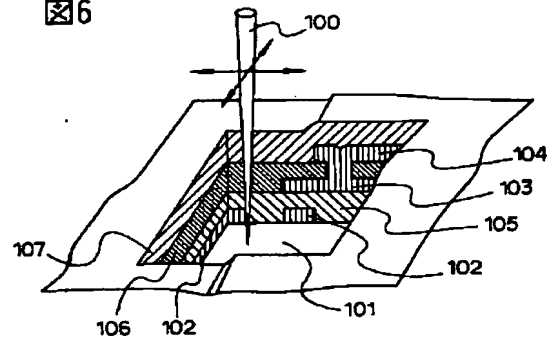
【図5】

図5



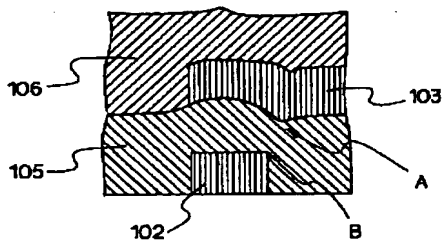
【図6】

図6



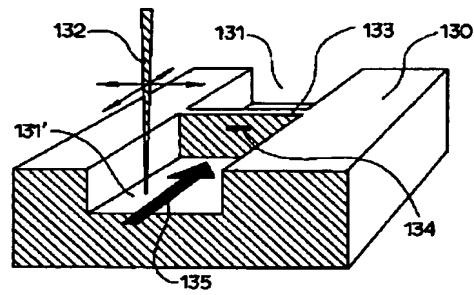
【図7】

図7



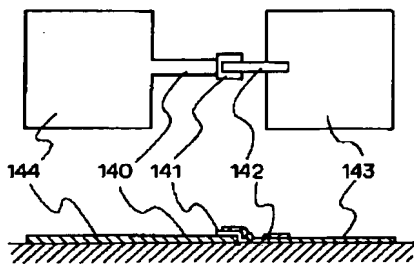
【図8】

図8



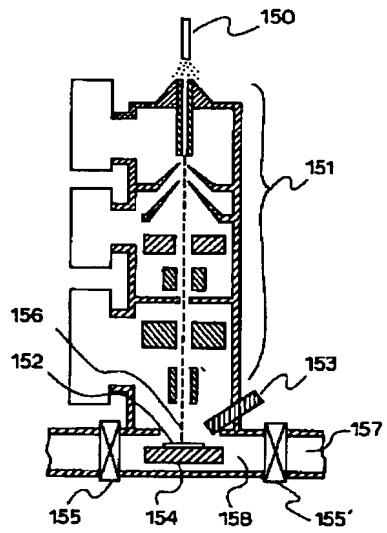
【図9】

図9



【図10】

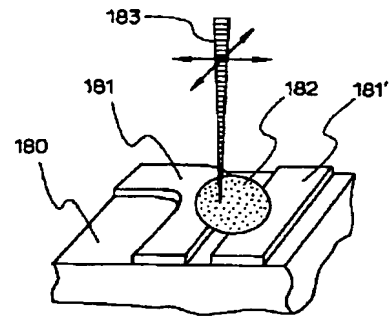
図10



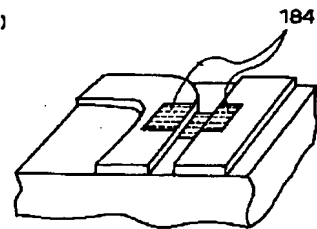
【図11】

図11

(a)



(b)



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.